

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 60086270  
PUBLICATION DATE : 15-05-85

APPLICATION DATE : 01-06-84  
APPLICATION NUMBER : 59112265

APPLICANT : DENKI KAGAKU KOGYO KK;

INVENTOR : TANJI HIROAKI;

INT.CL. : C23C 14/26 H01L 21/203 H01L 21/265 H05B 3/14

TITLE : PREPARATION OF RESISTANCE HEATER

ABSTRACT : PURPOSE: To increase heat transfer quantity from a boat to an evaporation material by making a molten metal easily wettable, by roughening the inner bottom surface of the boat comprising a conductive ceramic sintered body based on titanium boride.

CONSTITUTION: A conductive ceramics sintered body containing boron nitride based on titanium boride is subjected to external shaping processing while the resistance heater material for vacuum evaporation completed from said external shaping processing is treated by using a rotary grinder having a coarse particle surface to form a metal evaporation part and to bring the inner bottom surface thereof to a roughened surface. The boat prepared by the above-mentioned method has a bottom surface easily wetted with a molten metal and the transfer quantity of heat to the evaporation material from the boat increases.

COPYRIGHT: (C)1985,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-86270

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)5月15日

C 23 C 14/26  
H 01 L 21/203  
21/265  
H 05 B 3/14

7537-4K  
7739-5F  
6603-5F  
7708-3K

審査請求 有 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 抵抗加熱器の製法

⑯ 特 願 昭59-112265

⑰ 出 願 昭52(1977)8月22日

⑱ 特 願 昭52-100260の分割

⑲ 発 明 者 御 子 神 昭 夫 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 大 泉 宏 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 丹 治 宏 彰 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内

⑲ 出 願 人 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

明 細 書

1. 発明の名称

抵抗加熱器の製法

2. 特許請求の範囲

チタンボライドを主成分としボロンナイトライドを含有する導電性セラミックス焼結体からなる真空蒸発用抵抗加熱器の製法において、外形加工の終った加熱器部材を表面が粗粒である同族砥石を用いて金属蒸発部を形成し、その内底面を粗面状とすることを特徴とする真空蒸発用抵抗加熱器の製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は溶融金属を効率よく蒸発させる導電性セラミックス焼結体からなる真空蒸発用抵抗加熱器の製法に関するものである。

従来、ボート状の真空蒸発用抵抗加熱器(以下ボートという)は、タングステン、モリブデン、タングル等の高融点金属により製作したボートが用いられている。しかしこれら高融点金属は使用中に蒸発材としての溶融金属と合金化したり、又

高融点金属の結晶化等により破損するので、微回の使用しか出来なかつた。

又ボートに金属からなる蒸発材を収納し、加熱して、融液から蒸発するときに融液がボートに濡れないものであるときは蒸発材の量が少なくなつてくると島状になるので均一に蒸発することができないのでボートの内底面に高融点金属繊維状部品またはボート内底面に凹凸面を形成することが提案されているがこの方法では高融点金属を用いているため蒸発状況は改善されるが、その寿命は従来のものと変らず連続使用は不可能であつた。

(実願昭50-40850号)

近年、これらの高融点金属にかわつてチタンボライド、ジルコニウムボライド、ボロンナイトライド、アルミニウムナイトライド等から選ばれた1種以上を加圧焼結した導電性セラミックスボートが提案されている。これらの導電性セラミックスからなるボートは耐熱性が高く、耐スポーリング性にすぐれ、蒸発材との反応が少なくボート寿命が良いという利点がある。

しかし、これらのセラミックスは高融点金属に比べて、溶融した蒸着材との濡れが悪く、セラミックスポートと蒸着材との接触が不充分であることからポートの発熱が十分に蒸着材を加熱することができず大部分は輻射熱として放散し熱効率が悪かった。

更に説明すると、蒸着材の金属蒸発部(以下キャビテターという)への濡れ拡がりが悪く、溶融した蒸着材でキャビテターの内底面の全面を濡らすことが困難で、キャビテター底面全面を蒸発部として有効に利用できないために単位時間当りの蒸発量は低かった。

通常固体表面と溶融金属の濡れ性は濡れ角度 $\theta$ が用いられる。

$\cos \theta = R (r_s - r_{sL}) / r_L$  で示され、 $R$  は荒さの因子であり、 $r_s$ ,  $r_{sL}$ ,  $r_L$  は夫々固体表面、固液界面、液体の表面張力である。

ここで、 $R$  は見かけの表面積に対する真の表面積を示す。 $R$  を大きくすることにより、 $\theta$  は0に近づき固体表面は、溶融金属に濡れやすくなる。

のである。

その方法としては外形加工の終ったポートにキャビテターを形成する工程で、粒度の粗いダイヤモンドを研削面にもつ固転砥石でキャビテターを研削加工すればキャビテターの底面に自動的に粗面が形成される。本発明に用いられるポート部材は導電性のチタンボライドを主成分とし、濡れ性の悪いボロンナイトライドを含有するものであるが、ボロンナイトライドを含有させたものは切削加工が容易であり、導電性も所望のものが得られるが、前記した固転砥石より硬度がチタンボライドより低いボロンナイトライドが除去され濡れ性が向上する。本発明によれば加工工程を増加することなしに蒸着材に濡れやすいキャビテターの内底面を有するポートが得られる。

本発明のポートを用いることにより蒸着材はキャビテター底面の全面に容易に濡れ拡がり、キャビテター底面の全面より蒸発可能となり、単位時間当りの蒸着量を増加することができる。更に、ポートから蒸着材への熱の伝達率が多くなり、従来の

更に、表面を粗面とし表面積を増加することにより、 $R$  を大きくできること、また粗面にすると濡れ性の悪いボロンナイトライドが除去され濡れ性が向上するという知見により本発明に到達したものである。

すなわち本発明はチタンボライドを主成分としボロンナイトライドを含有する導電性セラミックス焼結体からなる真空蒸発用抵抗加熱器の製法において、外形加工の終った加熱器部材を表面が粗粒である固転砥石を用いて金属蒸発部を形成し、その内底面を粗面状とすることを特徴とする真空蒸発用抵抗加熱器の製法である。本発明品を蒸着金属の蒸着に使用すると、蒸着材とポートとの濡れは蒸発初期から良好で、連続又は繰返し使用可能である。

以下さらに本発明を詳しく説明する。

本発明はチタンボライドを主成分としボロンナイトライドを含有する導電性セラミックス焼結体からなるポート部材にキャビテターとその内底面を粗面とすることを同時に行うことを特徴とするも

ポートより少ない電力で効率良く金属を蒸着することが可能となつた。

また、溶融した蒸着材がキャビテターの内底面の全面に濡れ拡がり、濡れ拡がりの面積が変化しないため、ポートの抵抗変化がなくなり蒸着中の電源制御が容易である。

更に、キャビテターの内底面の全面より蒸着金属を蒸発させることができ、低いポート温度での蒸着が可能となり、ポートと蒸着材との反応がなくなり、特に局部的な腐食は見られずポートの寿命が長くなるという効果もある。

次に、本発明を比較例及び実施例に従つて説明する。

比較例

比抵抗が  $1200 \mu\Omega \cdot \text{cm}$  となるように、チタンボライド48重量部、ボロンナイトライド28重量部及びアルミニウムナイトライド24重量部を含む導電性セラミックスをホットプレス法により成形した。

この導電性セラミックス成形体から  $16 \times 8 \times$

100 mm のポートを切り出し、250メッシュのダイヤモンドホイールによつて切削し、巾12 mm、深さ1.5 mm、長さ70 mmのキャピターを形成した。

蒸着材として直径1.5 mmのAl線を選び、連続供給装置を用い直接通電で加熱されたポートから連続蒸着をおこなつた。

蒸着は、電圧8.5 V電流350 AでおこないAlの単位時間当りの蒸着量は1.5 g/分であつた。

溶解したAlは、キャピターの内底面全面には濡れ拡がらず、キャピターの片側の壁にそつて約半分に濡れ拡がつたに留まり、更に電圧を増してポート温度を高くしても濡れ拡がりは改善されなかつた。この条件で300分の蒸着を続けた後、ポートはキャピターの壁部で蒸着材と反応し、ポートは変形し、これ以上の蒸着に耐えないものとなつた。

#### 実施例

比較例と同じ導電性セラミック成形体を用い、16×8×100 mmのポートを従来の方法で切り

#### 特開昭60-86270(3)

出し、次いで80メッシュのダイヤモンドを研磨面に持つ回転砥石を用いて巾12 mm、深さ1.5 mm、長さ70 mmのキャピターの内底面を粗面としたポートを形成した。

このポートを使用して、比較例に示す方法でAlの連続蒸着を実施した。

蒸着は電圧8.0 V電流300 AでおこないAlの単位時間当りの蒸着量は2.0 g/分であつた。溶解したAlはキャピター底面の全面に濡れ拡がり電圧電流の変動も見られず、極めて安定した蒸着が可能であつた。この条件で300分連続蒸着を実施したが、キャピター壁部の腐食は見られなかつた。

特許出願人 電気化学工業株式会社